

# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP04/017377

International filing date: 24 November 2004 (24.11.2004)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP  
Number: 2003-421895  
Filing date: 19 December 2003 (19.12.2003)

Date of receipt at the International Bureau: 27 January 2005 (27.01.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland  
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

26.11.2004

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日            2 0 0 3 年 1 2 月 1 9 日  
Date of Application:

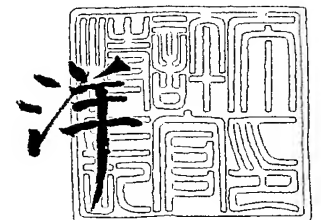
出 願 番 号            特 願 2 0 0 3 - 4 2 1 8 9 5  
Application Number:  
[ST. 10/C]:            [ J P 2 0 0 3 - 4 2 1 8 9 5 ]

出      願      人            三 菱 化 学 ポ リ エ ス テ ル フ ィ ル ム 株 式 有 限 公 司  
Applicant(s):

2 0 0 5 年   1 月 1 4 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小 川



【書類名】 特許願  
【整理番号】 A0356  
【あて先】 特許庁長官殿  
【国際特許分類】 B32B 27/36  
【発明者】  
    【住所又は居所】 滋賀県坂田郡山東町井之口 3 4 7 番地 三菱化学ポリエステル  
    フィルム株式会社滋賀事業所内  
    【氏名】 奥村 博輝  
【特許出願人】  
    【識別番号】 000108856  
    【氏名又は名称】 三菱化学ポリエステルフィルム株式会社  
    【代表者】 河野 泰児郎  
【手数料の表示】  
    【予納台帳番号】 153959  
    【納付金額】 21,000円  
【提出物件の目録】  
    【物件名】 明細書 1  
    【物件名】 要約書 1  
    【物件名】 特許請求の範囲 1

**【書類名】 特許請求の範囲****【請求項 1】**

ポリエステルフィルムの少なくとも 1 つの表面に欠陥が  $50 \text{ 個}/\text{m}^2$  以下のコート層を有し、 $150^\circ\text{C}$  で 10 分間の加熱処理後に当該コート層表面から抽出されるポリエステルオリゴマー量が  $0.3 \text{ mg}/\text{m}^2$  以下であり、フィルムの配向主軸の傾き（配向角）が 8 度以下であることを特徴とする離型フィルム用ポリエステルフィルム。

**【請求項 2】**

請求項 1 記載のポリエステルフィルム上に離型層を有することを特徴とする偏光板セパレータ用離型フィルム。

**【請求項 3】**

請求項 1 記載のフィルムからなることを特徴とする偏光板保護フィルム用ポリエステルフィルム。

【書類名】 明細書

【発明の名称】 離型フィルム用ポリエステルフィルム

【技術分野】

【0001】

本発明は、液晶表示用途等のフィルムにおいて重要な特性である光学特性に優れたポリエステルフィルムに関するものであり、特に偏光板用の離型フィルムまたは偏光板保護フィルムに好適に使用されるポリエステルフィルムに関するものである。

【背景技術】

【0002】

近年、携帯電話やパーソナルコンピュータの急速な普及に伴い、従来型のディスプレイであるCRTに比べ薄型軽量化、低消費電力、高画質化が可能である液晶ディスプレイ(LCD)の需要が著しく伸びつつあり、LCDの大画面化についてもその技術の成長は著しい。LCDの大画面化の1例として、最近では例えば17インチ以上の大型モニターや大型TV用途にLCDが使用されている。大画面化されたLCDにおいては、LCD内に組み込まれたバックライトの輝度を上げることや、輝度を向上させるフィルムを液晶ユニット内に組み込むこと等により、大画面で明るいLCDとする場合が多い。

【0003】

このような、いわゆる高輝度タイプのLCDでは、ディスプレイ中に存在する小さな輝点が問題となる場合が多く、ディスプレイ中に組み込まれる偏光板、位相差板または位相差偏光板といった構成部材においては、これまでの低輝度タイプのLCDでは問題にならなかったような微小なサイズの異物が問題となっており、製造工程における異物の混入を防ぐ一方で、万一、異物が混入した場合であっても欠陥として確実に認知できるような検査性の向上や、検査の繰り返し精度の向上といった安定検査性も重要となってきた。

【0004】

例えば偏光板の欠陥検査としては、クロスニコル法による目視検査が一般的であり、さらに例えば30インチ以上の大型TV用途に使用する偏光板等では、クロスニコル法を利用した自動異物検査器による検査も実施されつつある。このクロスニコル法は2枚の偏光板をその配向主軸を直交させて消光状態とし、異物や欠陥があればそこが輝点として現れるので、欠点検査ができるという方法である。ここで、偏光板には粘着剤層を介して離型層を設置したポリエステルフィルムが使用されており、2枚の偏光板の間に離形ポリエステルフィルムが挟み込まれた状態でクロスニコル検査を実施するが、一般に、離型ポリエステルフィルムをこれに用いた場合には、クロスニコル法の検査の障害となり、異物の混入や欠陥を見逃しやすくなるという不具合が生じる場合がある。また、ポリエステルフィルムに異物や欠陥がある場合には、偏光板の欠陥なのかどうか判別できずに偏光板を不良品とする場合があるため、偏光板製造の際の不良率を上昇させる原因となる場合があり問題となる。

【0005】

さらには、特に大型TVに使用する偏光板に貼り合わせる離型フィルムにおいては、ポリエステルフィルム中に存在するポリエステルオリゴマーが粘着材層へ転移して経時後に粘着材層中に輝点を生じさせる場合があり問題となる。

【0006】

従来の離型フィルム用2軸配向ポリエステルフィルムとしては、表面から抽出される低分子量物の量を規定したもの(例えば、特許文献1参照)、フィルムの配向角を規定しているもの(例えば、特許文献2参照)が開示されているが、これらを使用しても欠陥を確実に見いだすための検査を実施する場合には問題となる場合がある。また、コート層を設けることにより表面から抽出されるポリエステルオリゴマーの量を低減したもの(例えば、特許文献3参照)は開示されているが、表面の微小なコート欠陥の存在とそれに伴う局所的なポリエステルオリゴマーの析出については、これまでに着目されていない。

【0007】

【特許文献1】特開2000-141570号公報

【特許文献2】特開2000-335649号公報

【特許文献3】特開平12-289168号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

本発明は、このような問題点を解決しようとするものであり、その解決課題は、偏光板のクロスニコル法による検査において、精度ある検査を実施できるようにし、粘着材層へのポリエステルオリゴマー転移を抑制した離形フィルム用ポリエステルフィルムを提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0009】

本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意検討した結果、特定の構成を有するポリエステルフィルムにより、上記課題が容易に解決できることを見だし、本発明を完成するに至った。

【0010】

すなわち、本発明の要旨は、ポリエステルフィルムの少なくとも1つの表面に欠陥が50個/m<sup>2</sup>以下のコート層を有し、150℃で10分間の加熱処理後に当該コート層表面から抽出されるポリエステルオリゴマー量が0.3mg/m<sup>2</sup>以下であり、フィルムの配向主軸の傾き（配向角）が8度以下であることを特徴とする離型フィルム用ポリエステルフィルム、当該フィルム上に離型層を有することを特徴とする偏光板セパレータ用離型フィルム、および当該フィルムからなることを特徴とする偏光板保護フィルム用ポリエステルフィルムに存する。

【0011】

以下、本発明を詳細に説明する。

本発明でいうポリエステルとは、ジカルボン酸と、ジオールとからあるいはヒドロキシカルボン酸とから重縮合によって得られるエステル基を含むポリマーを指す。ジカルボン酸としては、テレフタル酸、コハク酸、イソフタル酸、アジピン酸、アゼライン酸、セバシン酸、ドデカン二酸、2,6-ナフタレンジカルボン酸、1,4-シクロヘキサンジカルボン酸等を、ジオールとしては、エチレングリコール、1,3-プロパンジオール、1,6-ヘキサンジオール、1,4-ブタンジオール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、ネオペンチルグリコール、1,4-シクロヘキサンジメタノール、ポリエチレングリコール等を、ヒドロキシカルボン酸としては、p-ヒドロキシ安息香酸、6-ヒドロキシ-2-ナフトエ酸等をそれぞれ例示することができる。

【0012】

かかるポリマーの代表的なものとして、ポリエチレンテレフタレート、ポリトリメチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリエチレン-2,6-ナフタレート等が例示される。これらのポリマーはホモポリマーであってもよく、また第3成分を共重合させたものでもよい。

【0013】

本発明のフィルムとしては、優れた強度や寸法安定性の観点から2軸配向ポリエステルフィルムであることが好ましく、2軸延伸フィルムが好ましく用いられるが、得られたフィルムが本発明の要旨を逸脱しない限り、未延伸または少なくとも一方に延伸されたポリエステルフィルムを用いることもできる。

【0014】

本発明のポリエステルフィルムは、配向主軸の傾き（配向角）が8度以下であることが肝要である。配向角が8度を超える場合には、偏光板を検査する際に偏光板より漏れる光の強度が強くなり、偏光板の異物検査の障害となり好ましくない。

【0015】

さらに、150℃で10分間の熱処理後にフィルムのコート層表面から抽出されるオリ

ゴマー量が  $0.3 \text{ mg/m}^2$  以下であることが必要であり、好ましくは  $0.2 \text{ mg/m}^2$  以下である。オリゴマー量が  $0.3 \text{ mg/m}^2$  を超える場合には、かかるフィルムを用いて製造した離型フィルム上に粘着材を設置する工程において、粘着材中にオリゴマーが転移、凝集して異物となる場合があり、好ましくない。

#### 【0016】

さらに、ポリエステルフィルム表面のコート層の欠陥は  $50 \text{ 個/m}^2$  以下であることが必要であり、好ましくは  $20 \text{ 個/m}^2$  以下、さらに好ましくは  $10 \text{ 個/m}^2$  以下である。コート層の欠陥がかかる範囲を逸脱する場合には、欠陥部分より集中的なポリエステルオリゴマーの析出が見られ、粘着材層への転移が起こる場合があり好ましくない。

#### 【0017】

また、 $150^\circ\text{C}$  30分間における加熱収縮率が5%以下、さらにはフィルム5%伸張時の強度(F5)が  $100 \text{ MPa}$  以上であることが好ましい。かかる範囲を逸脱する場合には、離型層を塗布乾燥する工程や離型フィルム上に粘着材を塗布する工程において平面性が損なわれる場合があり、離型フィルム上の粘着材の厚みムラが生じ、結果として不良品の偏光板となり好ましくない場合がある。

#### 【0018】

また、フィルム中に存在する最大径  $150 \mu\text{m}$  以上の異物は  $0 \text{ 個/m}^2$ 、最大径  $30 \mu\text{m}$  以上の異物は  $1.5 \text{ 個/m}^2$  以下であることが好ましい。最大径  $30 \mu\text{m}$  以上の異物は  $1 \text{ 個/m}^2$  以下であることがさらに好ましい。最大径  $150 \mu\text{m}$  以上の異物が  $0 \text{ 個/m}^2$  または最大径  $30 \mu\text{m}$  以上の異物が  $1.5 \text{ 個/m}^2$  以下を逸脱する場合には、検査の際にポリエステルフィルム中の異物が輝点となり、偏光板等の不良と判別がつかない場合が多く、偏光板等自身を不良品と見なす場合があるため好ましくない場合がある。

#### 【0019】

フィルムヘーズについては6%以下であることが好ましく、フィルムヘーズが6%を超える場合には、欠陥部の輝点が発見しにくくなる場合がある。

#### 【0020】

さらに、フィルム表面に存在する幅  $10 \mu\text{m}$  以上の傷の数が、 $20 \text{ 個/m}^2$  以下、さらには  $10 \text{ 個/m}^2$  以下が好ましい。幅  $10 \mu\text{m}$  の傷の数が  $20 \text{ 個/m}^2$  より多い場合、クロスニコル検査の際にフィルム表面の傷の箇所が輝点となる場合や、反射光により偏光板等の外観検査を行う場合、輝点として認知し偏光板等を不良品とする場合がある。

#### 【0021】

また、色差計を用いて透過光により測定されるb値は、 $-2.0 \sim 2.0$  の範囲内であることが好ましい。b値がこの範囲を外れる場合には、ポリエステルフィルム上に離型層を設置した離型フィルムロールにおいてその端面の色調が極端に黄色い場合や青い場合があり、実用上問題の生じる場合がある。

#### 【0022】

本発明のポリエステルフィルムには、作業性を良好にする目的でフィルム中にフィラーを添加し、フィルムの滑り性を向上させることが好ましく、添加するフィラーとしては、例えばシリカ、炭酸カルシウム、カオリン、酸化チタン、酸化アルミニウム、硫酸バリウム、ゼオライト等の無機粒子、またはシリコーン樹脂、架橋ポリスチレン、アクリル樹脂等の有機粒子を単独または混合体でフィルム中に配合させることが挙げられる。この場合、使用する粒子の平均粒径、添加量、さらに粒径分布は、本発明の効果を損なわない限り特に限定されるものではないが、平均粒径は  $0.1 \sim 4.0 \mu\text{m}$ 、添加量は  $0.01 \sim 3.0$  重量%であることが好ましい。

#### 【0023】

このような添加フィラー群の中でも、ポリエステルに対して  $0.03$  重量%以上の添加量でフィルム中に炭酸カルシウム粒子を配合することにより、異物の少ないポリエステルフィルムを作成することができ、好ましい場合がある。

#### 【0024】

本発明のポリエステルフィルムは、本発明の効果を損なわない限り、単層フィルムであ

っても複数の層が積層された多層フィルムであってもよいが、2種2層、2種3層や3種3層といった多層構成のフィルムであることが好ましい。

#### 【0025】

以下、本発明のフィルムの製造方法に関して具体的に説明するが、本発明の要旨を満足する限り、本発明は以下の例示に特に限定されるものではない。

#### 【0026】

公知の手法により乾燥したポリエステルチップを溶融押出装置に供給し、それぞれのポリマーの融点以上である温度に加熱し溶融する。次いで、溶融したポリマーをダイから押出し、回転冷却ドラム上でガラス転移温度以下の温度になるように急冷固化し、実質的に非晶状態の未配向シートを得る。この場合、シートの平面性を向上させるため、シートと回転冷却ドラムとの密着性を高めることが好ましく、本発明においては静電印加密着法および／または液体塗布密着法が好ましく採用される。

#### 【0027】

本発明においては、このようにして得られたシートを2軸方向に延伸してフィルム化することが好ましい。延伸条件について具体的に述べると、前記未延伸シートを好ましくは縦方向に80～130℃で1.3～6倍に延伸し、縦1軸延伸フィルムとした後、横方向に90～160℃で1.3～6倍延伸を行い、150～240℃で1～600秒間熱処理を行うことが好ましい。さらにこの際、熱処理の最高温度ゾーンおよび／または熱処理出口のクーリングゾーンにおいて、縦方向および／または横方向に0.1～20%弛緩する方法が好ましい。

#### 【0028】

このような延伸条件の中でも、配向角の変動を小さくして熱処理時のフィルムの平面性を保持するために、縦延伸の倍率を2.6倍以上3.1倍以下、横延伸の倍率を5.0倍以上、さらには熱処理温度（主結晶温度）を185℃以上とすることが好ましい。

#### 【0029】

また、必要に応じて再縦延伸、再横延伸を付加することも可能である。延伸方法としては、逐次2軸延伸であっても同時2軸延伸であってもよく、同時2軸延伸法による延伸方法が配向角の変動を小さくできる意味で好ましい。同時二軸延伸法としては前記の未延伸シートを通常70～120℃、好ましくは80～110℃で温度コントロールされた状態で縦方向（あるいは機械方向）および横方向（あるいは幅方向）に同時に延伸し配向させる方法で、延伸倍率としては、面積倍率で4～50倍、好ましくは7～35倍、さらに好ましくは10～25倍である。そして、引き続き、170～250℃の温度で緊張下または30%以内の弛緩下で熱処理を行い、延伸配向フィルムを得る。上述の延伸方式を使用する同時二軸延伸装置に関しては、スクリュー方式、パンタグラフ方式、リニア駆動式等、従来公知の延伸方式を採用することができる。「スクリュー方式」とは、スクリューの溝にクリップを乗せてクリップ間隔を広げていく方式である。「パンタグラフ方式」とは、パンタグラフを用いてクリップ間隔を広げていく方式である。「リニアモーター方式」とは、リニアモーター原理を応用し、クリップを個々に制御可能な方式でクリップ間隔を任意に調整することができる利点を有する。さらに同時二軸延伸に関しては二段階以上に分割して行ってもよく、その場合、延伸場所は一つのテンター内で行ってもよいし、複数のテンターを併用してもよい。

#### 【0030】

さらに、フィルム表面に析出されるポリエステルオリゴマーの量を抑制するコート層としては本発明の要旨を超えない限り特に限定されないが、ポリビニルアルコールを10～100重量%、好ましくは20～90重量%、さらに好ましくは30～90重量%含有させることにより得られる。

#### 【0031】

ポリビニルアルコールは、通常の重合反応によって合成することができ、水溶性であることが好ましい。ポリビニルアルコールの重合度は、特に限定されるものではないが、通常100以上、好ましくは300～40000のものが用いられる。重合度が100以下



の場合、塗布層の耐水性が低下する傾向がある。ポリビニルアルコールのけん化度は、特に限定されるものではないが、通常70モル%以上、好ましくは80モル%以上、99.9モル%以下であるポリ酢酸ビニルけん化物が実用上用いられる。さらに塗布層中には、必要に応じて上記以外の水溶性または水分散性のバインダー樹脂の1種もしくは2種以上を併用することができる。かかるバインダー樹脂としては、例えば、ポリエステル、ポリウレタン、アクリル樹脂、ビニル樹脂、エポキシ樹脂、アミド樹脂等が挙げられる。これらは、それぞれの骨格構造が共重合等により実質的に複合構造を有していてもよい。複合構造を持つバインダー樹脂としては、例えば、アクリル樹脂グラフトポリエステル、アクリル樹脂グラフトポリウレタン、ビニル樹脂グラフトポリエステル、ビニル樹脂グラフトポリウレタン等が挙げられる。

#### 【0032】

さらに必要に応じて、架橋反応性化合物を含んでいてもよい。架橋反応性化合物は、主に塗布層構成成分中に含まれる官能基と架橋反応することで、塗布層の凝集性、表面硬度、耐擦傷性、耐溶剤性、耐水性を改良することができ好ましい。本発明のフィルムの塗布層は、界面活性剤、消泡剤、塗布性改良剤、増粘剤、帯電防止剤、有機系潤滑剤、有機粒子、無機粒子、酸化防止剤、紫外線吸収剤、発泡剤、染料、顔料等の添加剤を含有していてもよい。これらの添加剤は単独で用いてもよいが、必要に応じて二種以上を併用してもよい。特に塗布時の微細な気泡によるコート欠陥を抑制する目的で消泡剤や界面活性剤を使用することが好ましい。

#### 【0033】

オリゴマー防止層の設置方法は、いわゆるインラインコートであってもオフラインコートであってもよいが、インラインコートであることが経済性上望ましい。インラインコートとしては、縦延伸終了後、横延伸のテンター入口前にコートをしてテンター内で乾燥する方法を例示できる。

#### 【0034】

本発明のポリエステルフィルムは、本発明の効果を損なわない範囲であれば、その要求特性に応じて必要な特性、例えば帯電防止性や耐候性をインラインコートやオフラインコートで付与してもよい。

#### 【0035】

また、本発明のポリエステルフィルムには、本発明の効果を損なわない範囲であれば、他の熱可塑性樹脂、例えばポリエチレンナフタレート、ポリトリメチレンテレフタレート等を混合することができる。また、紫外線吸収剤、酸化防止剤、界面活性剤、顔料、蛍光増白剤等を混合することができる。特に酸化防止剤の添加は好ましい。

#### 【0036】

本発明のポリエステルフィルムに離型層を設置する場合、離型層を構成する材料は離型性を有するものであれば特に限定されるものではなく、硬化型シリコーン樹脂を主成分とするタイプでもよいし、ウレタン樹脂、エポキシ樹脂、アルキッド樹脂等の有機樹脂とのグラフト重合等による変性シリコーンタイプ等を使用してもよい。それらの中でも、硬化型シリコーン樹脂を主成分とした場合に離型性が良好な点で良い。

#### 【0037】

硬化型シリコーン樹脂の種類としては、溶剤付加型・溶剤縮合型・溶剤紫外線硬化型、無溶剤付加型、無溶剤縮合型、無溶剤紫外線硬化型、無溶剤電子線硬化型等いずれの硬化反応タイプでも用いることができる。

#### 【発明の効果】

#### 【0038】

本発明によれば、偏光板のクロスニコル法による検査において、精度ある検査を実施できるような離形フィルム用ポリエステルフィルムを提供することができ、本発明の工業的価値は高い。

#### 【発明を実施するための最良の形態】

#### 【0039】

以下、本発明を実施例によりさらに詳細に説明するが、本発明はその要旨を超えない限り、以下の実施例に限定されるものではない。なお、種々の諸物性、特性は以下のように測定、または定義されたものである。

#### 【0040】

##### (1) 配向角の測定

ポリエステルフィルムの端部からフィルム幅方向に、フィルム幅に対して10、50、90%の位置に相当する計3箇所よりそれぞれ6cm角の正方形サンプルを切り出し、7箇所のフィルムについて王子計測機器社製の自動複屈折率計(KOBRA-21ADH)により配向角をそれぞれ測定し、その最大値をフィルムの配向角とした。続いてフィルム長手方向についても幅方向と同様にして3箇所のサンプルを切り出し、配向角を測定した。フィルムがロール形状の場合には、長手方向について全長にわたって測定する必要はなく、2m長を切り出して2m長の長さ方向から3箇所のサンプルを切り出して測定すればよい。

#### 【0041】

##### (2) 表面オリゴマー量の測定

25cm角の大きさにポリエステルフィルムを切り取り、150℃に設定されたオープン(田葉井製作所製：熱風循環炉)中で10分間加熱処理した後、上部が開放され、底辺の面積が250cm<sup>2</sup>となるように、熱処理後のポリエステルフィルムを折って、四角の箱を作成する。塗布層を設けている場合は、塗布層面が内側となるようにする。次いで、上記の方法で作成した箱の中にDMF10mlを入れ3分間放置後DMFを回収する。回収したDMFを液体クロマトグラフィー(島津LC-7A)に供給してDMF中のオリゴマー量を求め、この値を、DMFを接触させたフィルム面積で割って、フィルム表面オリゴマー量(mg/m<sup>2</sup>)とする。DMF中のオリゴマー量は、標準試料ピーク面積と測定試料ピーク面積のピーク面積比より求めた(絶対検量線法)。標準試料の作成は、予め分取したオリゴマー(環状三量体)を正確に秤量し、正確に秤量したDMFに溶解して作成した。標準試料の濃度は、0.001~0.01mg/mlの範囲が好ましい。なお、液体クロマトグラフの条件は下記のとおりとした。

#### 【0042】

移動相A：アセトニトリル

移動相B：2%酢酸水溶液

カラム：三菱化学(株)製 MCI GEL ODS 1HU

カラム温度：40℃

流速：1ml/分

検出波長：254nm

#### 【0043】

##### (3) コート欠陥数の測定

色温度が7100Kである3波長域発光形昼白色光を入射角が45度となるようにフィルム表面のコート層に入射させ、45度の反射となる位置よりコート欠陥を目視にて検出し、この欠陥検査を10m<sup>2</sup>の面積で実施し、コート欠陥数を算出した。

#### 【0044】

##### (4) 白点欠陥検査

フィルムを50cm角に切り出し、150℃に設定されたオープン(田葉井製作所製：熱風循環炉)中で10分間加熱処理した後、光学顕微鏡を用いてフィルム表面の白点欠陥の観察を行い、その欠陥の大きさや個数を基に以下の基準にて判定した。

(白点欠陥少ない：良好) ◎◎>◎>○>△>×>×× (白点欠陥多い：不良)

#### 【0045】

##### (5) 加熱収縮率の測定

フィルムの幅方向、フィルム幅に対して10、50、90%に相当する位置より15mm幅×150mm長の短冊状にサンプルを切り出し、無張力状態にて150℃に設定されたオープン(田葉井製作所製：熱風循環炉)中で30分間の加熱処理を行い、加熱処理前

後の長さを測微計により測定し、下記式にて熱収縮率を求めた。

$$\text{加熱収縮率 (\%)} = [(a - b) / a] \times 100$$

(式中 a, b はそれぞれ加熱前後のフィルム長さ (mm) )

【0046】

(6) F5 値の測定

加熱収縮率の測定と同様の箇所より長さ 50 mm、幅 15 mm の短冊フィルムを切り出し、(株) インテスコ製の引張試験機インテスコモデル 2001 型を用いて温度 23℃、湿度 50% RH に調節された室内において、50 mm/min の速度で引張り、5% 伸張時の強度を F5 値として求めた。

【0047】

(7) 異物個数の測定

幅 700 mm、長さ 10 m (面積 7 m<sup>2</sup>) のポリエステルフィルムをクロスニコル法を用いた目視による異物検査を行い、検出された全異物の大きさを光学顕微鏡を用いて測定し、長軸が 150 μm 以上の大きさの異物個数、長軸が 30 μm 以上の大きさの異物個数をカウントした後、単位面積あたりに換算した。以下の実施例では、長尺サンプルにより異物検査を実施したが、例えば A4 サイズのような小さな試料でも同様な手法により、異物個数の測定は可能である。

【0048】

(8) フィルムヘーズの測定

JIS-K6714 に準じ、日本電色工業社製分球式濁度計 NDH-20D によりフィルムのヘーズを測定した。

【0049】

(9) 傷個数の測定

幅 1500 mm、長さ 10 m (面積 15 m<sup>2</sup>) のフィルム表面にハロゲンライトにて光を当て、目視にてフィルム表面を観察、輝点となって現れるキズの個数をカウントし、全てのキズについて光学顕微鏡にて幅を測定し、幅 10 μm 以上のキズの個数を算出した。本実施例では、長尺サンプルについて幅 10 μm 以上のキズ個数をカウントしたが、例えば A4 サイズ程度の大きさのフィルムであっても、上記と同様な方法にて幅 10 μm 以上のキズ個数を測定することは可能である。

【0050】

(10) b 値の測定

日本電色工業 (株) 製分光色色差計 SE-2000 型を用いて、JIS Z-8722 の方法に準じて透過法による b 値を測定した。

【0051】

(11) クロスニコル下での目視検査性

得られたポリエステルフィルムを用いて硬化型シリコン樹脂 (信越化学製「KS-79H」) 100 部、硬化剤 (信越化学製「CAT-PL-8」) 1 部、メチルエチルケトン (MEK) / トルエン混合溶媒系 2200 部より成る離型剤を塗工量が 0.1 g/m<sup>2</sup> になるように塗布して 170℃ で 10 秒間の乾燥を行い、離型フィルムを得た後、離型フィルムの幅方向が偏光フィルムの配向軸と平行となるように、粘着剤を介して離型フィルムを偏光フィルムに密着させ偏光板とし、密着させた離型フィルム上に配向軸がフィルム幅方向と直交するように検査用の偏光板を重ね合わせ、偏光板側より白色光を照射し、検査用の偏光板より 10 人の検査員がそれぞれ目視にて観察し、クロスニコル下での目視検査性を下記基準に従い評価した。なお、測定の際には、得られたポリエステルフィルムの端部からフィルム幅方向に、フィルム幅に対して 10、50、90% の位置に相当する箇所よりそれぞれ A4 サイズのサンプルを切り出して実施した。

<クロスニコル下での目視検査性 判定基準>

(検査性良好) ◎ > ○ > △ > × > × × (検査性不良)

上記判定基準中、△以上のものが実使用上問題なく使用できるレベルである。

【0052】

## (12) 異物認知性

硬化型シリコン樹脂（信越化学製「KS-779H」）100部、硬化剤（信越化学製「CAT-PL-8」）1部、メチルエチルケトン（MEK）／トルエン混合溶媒系2200部よりなる離型剤を塗工量が $0.1\text{ g/mm}^2$ になるようにポリエステルの片面に塗布して $170^\circ\text{C}$ で10秒間の乾燥を行い、離型フィルムを得た後、離型フィルムの幅方向が偏光フィルムの配向軸と平行となるように、公知のアクリル系粘着剤を介して離型フィルムを偏光フィルムに密着させ離形フィルム付きの偏光板を作成した。ここで、上記偏光板を作成する際、粘着剤と偏光フィルムとの間に $50\text{ }\mu\text{m}$ 以上の大きさを持つ黒色の金属粉（異物）を $50\text{ 個/m}^2$ となるように混入させた。このようにして得られた異物を混入させた偏光板離型フィルム上に配向軸が離形フィルム幅方向と直交するように検査用の偏光板を重ね合わせ、偏光板側より白色光を照射し、検査用の偏光板より10人の検査員がそれぞれ目視にて観察し、粘着剤と偏光フィルムとの間に混入させた異物を見いだせるかどうかを下記分類にて評価した。なお、測定の際には、得られたフィルムの中央部と両端部の計3カ所のフィルムを用いて評価し、目視検査性が最も良好であった箇所の結果をもって、そのフィルムの異物認知性とした。＜異物認知性 分類基準＞

（異物認知性良好）  $\bigcirc > \bigcirc > \triangle > \times$  （異物認知性不良）

上記判定基準中、 $\triangle$ 以上のものが実使用上問題なく使用できるレベルである。

## 【0053】

以下の例において使用した原料は、以下の製造法により得たものである。

（ポリエステルチップの製造法）

ジメチルテレフタレート100部、エチレングリコール70部、および酢酸カルシウム一水塩0.07部を反応器にとり、加熱昇温すると共にメタノール留去させエステル交換反応を行い、反応開始後、約4時間半を要して $230^\circ\text{C}$ に昇温し、実質的にエステル交換反応を終了した。次に、リン酸0.04部および三酸化アンチモン0.035部を添加し、常法に従って重合した。すなわち、反応温度を徐々に上げて、最終的に $280^\circ\text{C}$ とし、一方、圧力は徐々に減じて、最終的に $0.05\text{ mmHg}$ とした。4時間後、反応を終了し、常法に従い、チップ化して固有粘度が0.65であるポリエステルAを得た。

上記ポリエステルAを製造する際、平均一次粒径 $0.7\text{ }\mu\text{m}$ の炭酸カルシウムを10000ppm添加し、ポリエステルBを得た。

上記ポリエステルAを製造する際、平均一次粒径 $2.4\text{ }\mu\text{m}$ の非晶質シリカを8000ppm添加し、ポリエステルCを得た。

上記ポリエステルAを製造する際、平均一次粒径 $60\text{ nm}$ の $\delta$ 型の酸化アルミニウムを20000ppm添加し、ポリエステルDを得た。

## 【実施例1】

## 【0054】

（ポリエステルフィルムの製造）

上記ポリエステルA～Dを表1に示す配合比でA層、B層用の混合原料とし、2台の二軸押出機に各々を供給し、 $285^\circ\text{C}$ で溶融した後、A層を最外層（表層）、B層を中間層として、全厚みに対して、A層／B層／A層＝10％／80％／10％の厚み比となるように、2種3層の構成で $20^\circ\text{C}$ に冷却したキャストイングドラム上に共押出し、冷却固化させて無配向シートを得た。次いで、 $100^\circ\text{C}$ にて縦方向に2.8倍延伸した後、下記に示す固形分濃度2.5％に調整した水分散塗布液Aを延伸乾燥後の塗布厚さが $0.05\text{ }\mu\text{m}$ になるように塗布した後、テンター内で予熱工程を経て $120^\circ\text{C}$ で5.4倍の横延伸を施した後、 $200^\circ\text{C}$ で10秒間の熱処理を行い、その後 $180^\circ\text{C}$ で幅方向に10％の弛緩を加え、幅 $3000\text{ mm}$ 、厚み $40\text{ }\mu\text{m}$ のポリエステルフィルムを得た。得られたフィルムは、目視検査性や異物認知性に優れ実用性の高いポリエステルフィルムであった。

## 【0055】

（水分散塗布液Aの成分）

第一工業製薬社製シャロールDC-303P／けん化度＝88モル％、重合度＝500のポリビニルアルコール／平均粒径 $0.05\text{ }\mu\text{m}$ のシリカゾル／エアプロダクツアンド

ケミカルズ社製サーフィノール 420 を、固形分換算の重量組成比で 84 / 10 / 5 / 1 の割合で含有する水性塗布液。

【0056】

(水分散塗布液 B の成分)

第一工業製薬社製シャロール DC-303P / けん化度 = 88 モル%、重合度 = 500 のポリビニルアルコール / 平均粒径 0.05  $\mu$ m のシリカゾルを、固形分換算の重量組成比で 75 / 10 / 15 の割合で含有する水性塗布液。

【実施例 2】

【0057】

原料配合、製膜条件を表 1 記載のようにし、固形分濃度が 3 重量%となるように調整した水分散塗布液 A を使用した以外は実施例 1 と同様にして製造し、ポリエステルフィルムを得た。得られたポリエステルフィルムは、表 1 に示したような結果となり実用に適したフィルムであった。

【実施例 3】

【0058】

原料配合、製膜条件を表 1 記載のようにし、固形分濃度が 1 重量%となるように調整した水分散塗布液 A を使用した以外は実施例 1 と同様にして製造し、ポリエステルフィルムを得た。得られたポリエステルフィルムは、表 1 に示したような結果となり実用に適したフィルムであった。

【実施例 4】

【0059】

原料配合、製膜条件を表 1 記載のようにし、固形分濃度が 3 重量%となるように調整した水分散塗布液 B を使用した以外は実施例 1 と同様にして製造し、60  $\mu$ m 厚みのポリエステルフィルムを得た。得られたポリエステルフィルムは、表 1 に示したような結果となり実用に適したフィルムであった。

【0060】

(比較例 1)

原料配合、製膜条件を下記表 2 記載のようにし、固形分濃度が 1 重量%となるように調整した水分散塗布液 B を使用した以外、実施例 1 と同様にして製造しポリエステルフィルムを得た。得られたポリエステルフィルムは白点欠陥も悪く、目視検査性や異物認知性にも劣った、実用性に欠けたフィルムであった。

【0061】

(比較例 2 ~ 4)

原料配合、製膜条件を表 2 記載の如くとし、水分散性塗布液を塗布しなかったこと以外、実施例 1 と同様にして製造しポリエステルフィルムを得た。得られたポリエステルフィルムは白点欠陥、目視検査性、異物認知性のいずれもが実用性に欠けたフィルムであった。

。

【0062】

【表 1】

		実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4
A 層 原料配合	ポリエステル A(重量%)	50	60	60	35
	ポリエステル B(重量%)	40	30	30	45
	ポリエステル C(重量%)	—	—	—	—
	ポリエステル D(重量%)	10	10	10	20
B 層 原料配合	ポリエステル A(重量%)	100	100	100	100
	ポリエステル D(重量%)	—	—	—	—
フィルム厚み( $\mu\text{m}$ )		40	40	40	60
縦延伸倍率		2.8	2.8	2.7	3.0
縦延伸温度( $^{\circ}\text{C}$ )		100	100	100	105
横延伸倍率		5.5	5.6	5.4	5.2
横延伸温度( $^{\circ}\text{C}$ )		110	110	110	100
主結晶温度( $^{\circ}\text{C}$ )		200	185	185	200
配向角(度)		4.5	3.9	3.7	7.2
表面オリゴマー量( $\text{mg}/\text{m}^2$ )		0.10	0.12	0.20	0.26
コート欠陥数(個/ $\text{m}^2$ )		1	5	15	40
収縮率	長手方向(%)	2.4	4.7	4.6	2.6
	巾方向(%)	1.7	3.6	3.4	1.6
F5	長手方向(MPa)	105	103	100	107
	巾方向(MPa)	129	132	129	125
異物個数	150 $\mu\text{m}$ 以上(個/ $\text{m}^2$ )	0.0	0.0	0.0	0.0
	30 $\mu\text{m}$ 以上(個/ $\text{m}^2$ )	0.7	1.3	1.0	1.4
フィルムヘーズ(%)		3.5	2.8	2.8	4.5
傷(個/ $\text{m}^2$ )		2	13	10	5
b値		0.6	0.8	0.7	1.2
白点欠陥検査		◎◎	◎	○	△
目視検査性		◎	◎	◎	○
異物認知性		◎	○	◎	○

【0063】

【表 2】

		比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4
A層 原料配合	ポリエステル A(重量%)	20	30	58	30
	ポリエステル B(重量%)	—	—	2	—
	ポリエステル C(重量%)	40	30	—	70
	ポリエステル D(重量%)	40	40	40	—
B層 原料配合	ポリエステル A(重量%)	100	100	100	40
	ポリエステル D(重量%)	—	—	—	60
フィルム厚み( $\mu\text{m}$ )		40	40	40	40
縦延伸倍率		3.4	3.1	2.5	3.1
縦延伸温度( $^{\circ}\text{C}$ )		100	100	100	100
横延伸倍率		4.2	4.5	4.5	4.5
横延伸温度( $^{\circ}\text{C}$ )		130	130	130	130
主結晶温度( $^{\circ}\text{C}$ )		230	220	220	170
配向角(度)		13.5	10.2	5.8	7.5
表面オリゴマー量( $\text{mg}/\text{m}^2$ )		0.28	2.0	2.0	2.0
コート欠陥数(個/ $\text{m}^2$ )		80	—	—	—
収縮率	長手方向(%)	1.0	1.2	1.2	8.2
	巾方向(%)	0.1	0.3	0.3	5.7
F5	長手方向(MPa)	113	108	95	108
	巾方向(MPa)	115	117	117	117
異物個数	150 $\mu\text{m}$ 以上(個/ $\text{m}^2$ )	1.1	0.4	0.4	0.4
	30 $\mu\text{m}$ 以上(個/ $\text{m}^2$ )	17.9	6.4	0.4	18.8
フィルムヘーズ(%)		4.2	3.5	2.3	8.0
傷(個/ $\text{m}^2$ )		8	7	43	5
b値		2.5	2.3	2.3	0.8
白点欠陥検査		×	×	×	×
目視検査性		×	×	×	×
異物認知性		△	△	×	×

## 【産業上の利用可能性】

## 【0064】

本発明のフィルムは、例えば、偏光板用の離型フィルムまたは偏光板保護フィルムに好適に使用することができる。

【書類名】要約書

【要約】

【課題】 偏光板のクロスニコル法による検査において、精度ある検査を実施できるようにし、粘着材層へのポリエステルオリゴマー転移を抑制した離形フィルム用ポリエステルフィルムを提供する。

【解決手段】 ポリエステルフィルムの少なくとも1つの表面に欠陥が $50\text{個}/\text{m}^2$ 以下のコート層を有し、 $150^\circ\text{C}$ で10分間の加熱処理後に当該コート層表面から抽出されるポリエステルオリゴマー量が $0.3\text{mg}/\text{m}^2$ 以下であり、フィルムの配向主軸の傾き（配向角）が8度以下であることを特徴とする離型フィルム用ポリエステルフィルム、当該フィルム上に離型層を有することを特徴とする偏光板セパレータ用離型フィルム、および当該フィルムからなることを特徴とする偏光板保護フィルム用ポリエステルフィルム。

【選択図】 なし



認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2 0 0 3 - 4 2 1 8 9 5
受付番号	5 0 3 0 2 0 9 1 6 2 4
書類名	特許願
担当官	第六担当上席 0 0 9 5
作成日	平成 1 5 年 1 2 月 2 2 日

< 認定情報・付加情報 >

【提出日】

平成 15 年 12 月 19 日

特願 2 0 0 3 - 4 2 1 8 9 5

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 1 0 8 8 5 6 ]

1. 変更年月日 1 9 9 8 年 1 0 月 2 日  
[変更理由] 名称変更  
住 所 東京都港区芝四丁目 2 番 3 号  
氏 名 三菱化学ポリエステルフィルム株式会社
2. 変更年月日 2 0 0 4 年 1 月 8 日  
[変更理由] 住所変更  
住 所 東京都港区芝四丁目 2 番 3 号  
氏 名 三菱化学ポリエステルフィルム株式会社